

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 09.02.77 (21) 2450434/23-26

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 25.07.79. Бюллетень № 27

Дата опубликования описания 28.07.79

B13

(11) 674981

(51) М. Кл.²

С 01 В 31/04

В 01 J 13/00

С 09 С 1/46

(53) УДК 661.666.2
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

П.А. Пшеничкин, М.В. Семенов, Г.Н. Топоров, В.И. Виноградов
и Р.А. Елисеева

(71) Заявитель

18 OCT 1979

SCIENCE REFERENCE LIBRARY

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КОЛЛОИДНО-ГРАФИТОВОГО
ПРЕПАРАТА ДЛЯ ПОКРЫТИЯ

Изобретение относится к технологии получения коллоидно-графитовых препаратов для токопроводящих покрытий на стеклянных деталях фотоприемников, экранах цветных кинескопов, оптических фильтров корректирующих линз и может использоваться в радиотехнической и оптической промышленности.

Известен способ получения коллоидно-графитового препарата для покрытий путем окисления порошка графита смесью концентрированных азотной и серной кислот, промывку и последующее добавление растворителя (ацетона) до нужной концентрации [1].

Полученный таким способом коллоидно-графитовый препарат при нанесении на различные подложки образует при высыхании токопроводящие пленки графита. Однако нанесенное графитовое покрытие обладает слабой адгезией к стеклу и другим кремнийсодержащим подложкам и отслаивается при эксплуатации во влажной атмосфере.

Наиболее близким к изобретению является способ получения коллоидно-графитового препарата для покрытий, включающий окисление порошка графита смесью концентрированных азотной и

серной кислот, промывку и последующее добавление к окисленному графиту водного раствора соединения аммония (раствор аммиака в воде) [2].

Однако добавление водного аммиака к окисленному графиту не повышает прочности графитовой пленки к кремнийсодержащим подложкам, так как при комнатной температуре водный аммиак не реагирует с кремнийсодержащими подложками, а при нагревании улетучивается.

Цель изобретения - повышение прочности покрытия к кремнийсодержащим подложкам.

Это достигается тем, что предлагаемый способ включает окисление порошка графита смесью концентрированных азотной и серной кислот, промывку и последующее добавление к окисленному графиту раствора силиката аммония в количестве 1-20% от веса сухого окисленного графита.

Добавка силиката аммония не тормозит процесса поликонденсации, благодаря летучести продуктов реакции.

Введение в препарат силиката аммония резко повышает прочность покрытий за счет химического взаимодействия силиката аммония с окисленным

графитом, в результате чего образуется кремнийорганическое соединение, а аммонийная группа выделяется в виде аммиака.

Добавка силиката аммония свыше 20% резко снижает электропроводность покрытия, снижение же содержания силиката аммония менее 1% практически не усиливает прочность покрытия к кремнийсодержащим подложкам и не повышает стойкости покрытия во влажной атмосфере.

П р и м е р . 80 г тайгинского обеззоленного графита (содержание золы не более 0,5%, влаги не более 0,5% уд. поверхность 300-500 м²/г) заливают при перемешивании 800 мл смеси кислот-азотной (уд. вес 1,43 г/см³) и серной (уд. вес 1,84 г/см³), взятых в соотношении 1:3 при температуре окружающей среды. После суточного отстаивания при температуре окружающей среды смесь помещают в термостат и выдерживают 3 ч при температуре 90°C.

После охлаждения смесь заливают 1 л дистиллированной воды, после чего отмывают от кислот декантацией при атмосферном давлении до плотности сливаемого раствора 1,010-1,005 г/см³.

Затем графит отмывают на воронках Бюхнера при разрежении 0,8-0,9 кгс/см², создаваемом вакуум-насосом до исчез-

новения ионов SO₄²⁻, что определяют по реакции с раствором соли бария.

Отмытый окисленный графит растворяют в 1 л дистиллированной воды при температуре окружающей среды. Концентрация полученного раствора составляет 70 г/л.

При перемешивании в полученный препарат добавляют 0,5 л силиката аммония с концентрацией 14 г/л при температуре окружающей среды и нормальном давлении.

Полученный коллоидно-графитовый препарат наносят на стекло при температуре окружающей среды до получения слоя толщиной 20 м.

Пластины с препаратом помещают в сушильный шкаф и выдерживают в течение 3 ч при 400°C. Покрытие охлаждают до температуры окружающей среды.

Для определения прочности полученного покрытия пластины помещают в воду и выдерживают при температуре окружающей среды в течение суток. Отслаивание графита от стекла не наблюдается.

По примеру также готовят коллоидно-графитовые препараты с содержанием силиката аммония от 1 до 20%.

В таблице приведены данные испытания коллоидно-графитовых препаратов, полученных известными и предлагаемыми способами.

Способ получения коллоидно-графитового препарата	Содержание %				Свойства
	Пример	Силикат аммония	Окисленный графит	Удельное электропротивление, ом·мм ² /м	
Известный	-	-	100	324	Покрывание имело много трещин
Предлагаемый	1	1	99	450	Наблюдались отдельные трещины
	2	2	98	600	Наблюдались трещины в отдельных образцах
	3	3	97	800	Трещин не наблюдалось
	4	4	96	1200	Трещин не наблюдалось
	5	5	95	2000	Трещин не наблюдалось
	6	20	80	более 10000	Трещин не наблюдалось

* Прочность определяли после испытания покрытия на стекле в воде при комнатной температуре в течение суток.

Коллоидно-графитовый препарат, полученный по предлагаемому способу, обладает по сравнению с известным более высокой прочностью к кремнийсодержащим подложкам, которые найдут применение для замены серебра и других металлов.

Формула изобретения

Способ получения коллоидно-графитового препарата для покрытий, включающий окисление порошка графита смесью концентрированных азотной и серной кислот, промывку и последую-

щее добавление к окисленному графиту водного раствора соединения аммония, отличающийся тем, что, с целью повышения прочности покрытия к кремнийсодержащим подложкам, в качестве соединения аммония используют силикат аммония в количестве 1-20% от веса сухого окисленного графита.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе:

1. Авторское свидетельство СССР № 332044, кл. С 01 В 31/04, 29.07.68.

2. Авторское свидетельство СССР № 571435, кл. С 01 В 31/04, 23.04.76.

Редактор Л. Лашкова

Составитель Т. Ильинская
Техред Л. Алферова

Корректор Е. Лукач

Заказ 4214/16а

Тираж 590

Подписное

ЦНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4

LS ANSWER 4 OF 5. CA. COPYRIGHT 1995 ACS

AN 31:359815 CA

TI Colloidal graphite preparation for coatings

IN Pshenichkin, P. A.; Semenov, M. V.; Toporov, G. N.; Vinogradov, V. I.;

Eliseeva, R. A.

PA USSR

SO U.S.S.R.

From: Otkrytiya. Izobret., Prom. Obratzsy, Tovarnye Znaki 1979. (27), 65.
CCDEN: URXXAF

PI SU-674981 790725 ✓

AI 77SU-2450434 770209

DT Patent

LA Russian

AB Title prepn. is obtained by oxidizing graphite powder with a mixt. of HNO_3 and H_2SO_4 , washing, and then adding to the oxidized graphite an aq. soln. of an ammonium compd. The strength of adhesion of the coating to a Si-contg. substrate is increased by using ammonium silicate in an amt. 1-20% of the wt. of the dry oxidized graphite.